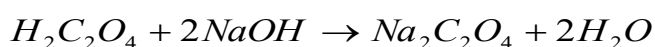


13. ALKALIMETRIE A KONDUKTOMETRIE

I. ALKALIMETRICKÉ TITRACE

13.1. Standardizace 0,1M roztoku NaOH

Roztok dvojsytné kyseliny šťavelové $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ se titruje do druhého stupně odměrným roztokem NaOH na indikátor fenolftalein při $pH \sim 9$.



Příprava vzorku:

Navážku $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ ($m = \text{cca } 630 \text{ mg}$) rozpustit v kádince v cca 50 ml dest. H_2O , převést do $V_0 = 100 \text{ ml}$, doplnit dest. H_2O

↓

pipetovat 10 ml do vysoké kádinky na 150 ml + teflonové míchadlo + 90 ml dest. H_2O

Postup stanovení koncentrace $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ pomocí titrátoru TitroLine Easy:

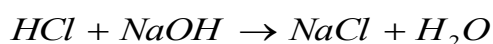
1. Zapnout titrátor TitroLine Easy tlačítkem ON/OFF (umístěný vzadu na přístroji)
2. Kádinku se vzorkem umístit na magnetickou míchačku, ponořit elektrodu do roztoku (cca 2,5 ml tak, aby byla ponořena i její referentní část) a spustit míchání.
3. Dlouze podržet tlačítko **F3** na kontrolním panelu, dokud se nedostaneme do hlavní nabídky nastavení konfigurace.
4. Krátce podržet tlačítko **F3** na kontrolním panelu, dokud se nedostaneme do nabídky výběru metody stanovení (*parameters sets*) → pomocí šipek (**F4 / F5**) na panelu vybrat metodu „*pH exact weak*“ (titrace slabé kyseliny). Výběr potvrdit tlačítky **F1** a **Stop**.
5. Krátkým stiskem tlačítka **F3** na kontrolním panelu změnit způsob titrace na EP (automatická titrace do koncového bodu) a pomocí šipek (**F4 / F5**) nastavit hodnotu koncového bodu $pH = 8.8$ (fenolftalein)
6. Stisknout **START**. Titraci provést 3x.
7. Z displeje opsat spotřebu (V_{ekv}).

Výpočet přesné koncentrace 0,1M NaOH:

$M(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) = 126,07 \text{ g/mol}$

$$c(NaOH) \cdot V_{ekv} = n(NaOH) = 2 \cdot n(H_2C_2O_4)$$

13.2. Stanovení HCl



Příprava vzorku:

Vzorek v odm.baňce ($V_0 = 100$ ml) doplnit po rysku dest. H_2O

↓

pipetovat 10 ml do vysoké kádinky na 150 ml + teflonové míchadlo + 90 ml dest. H_2O

Postup stanovení množství HCl v neznámém vzorku

1. Dlouze podržet tlačítko **F3** na kontrolním panelu, dokud se nedostaneme do hlavní nabídky nastavení konfigurace.
2. Krátce podržet tlačítko **F3** na kontrolním panelu, dokud se nedostaneme do nabídky výběru metody stanovení (*parameters sets*) → pomocí šipek (**F4** / **F5**) na panelu vybrat metodu „*pH exact strong*“ (titrace silné kyseliny). Výběr potvrdit tlačítky **F1** a **Stop**.
3. Krátkým stiskem tlačítka **F3** na kontrolním panelu změnit způsob titrace na EP (automatická titrace do koncového bodu) a pomocí šipek (**F4** / **F5**) nastavit hodnotu koncového bodu $pH = 11,2$
4. Spustit program *TL chart* v PC.
5. Stisknout **START**.
6. Po ukončení měření stiskem tlačítka **DATA** v programu *TL chart* převést naměřená data z titrace do počítače a tlačítkem **SAVE AS** je uložit. Titraci provést 1x
7. Hodnoty uložené v PC převést do souboru v Excelu, sestavit titrační křivku, vyhodnotit ji pomocí „metody tři rovnoběžek“ a současně určit bod ekvivalence z první nebo druhé derivace titrační křivky.

Výpočet množství HCl v neznámém vzorku:

$$M(HCl) = 36,461 \text{ g/mol}$$

$$m(HCl) = c(NaOH) \cdot V_{ekv} \cdot M(HCl) \cdot \frac{V_0}{V_{pip}}$$

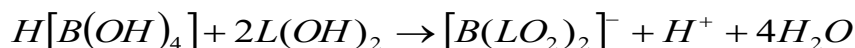
13.3. Stanovení H_3BO_3

Kyselina boritá je ve vodě velmi slabou jednosytnou kyselinou a proto s vizuální indikací nelze titraci provést a při přímé potenciometrické titraci je obtížné přesně určit inflexní bod na titrační křivce:



Titrace se provádí až po přidání organických polyhydroxysloučenin (glycerinu, příp.

manitolu), vznikající komplexní sloučenina (kyseliny glycerino-boritá má disociační konstantu o 3 řády vyšší než kyselina boritá:



Přibližnou hodnotu pK_a kyseliny borité získáme z titrační křivky. Vycházíme z výpočtu pK_a ze vzorce:

$$pH = pK_a + \log \frac{[H^+]}{[OH^-]}, \text{ přičemž } \log \frac{[H^+]}{[OH^-]} = 0$$

→ pro výpočet pK_a použijeme vztah $pK_a = 1/2 V_{ekv} \sim pH$, vzhledem k tomu, že koncentrace kyseliny a zásady jsou stejné

Příprava vzorku:

Vzorek v odm.baňce ($V_0 = 100$ ml) doplnit po rysku dest. H_2O

↓

- pipetovat 10 ml do vysoké kádinky na 150 ml + teflonové míchadlo + 90 ml dest. H_2O
- pipetovat 10 ml do vysoké kádinky na 150 ml + teflonové míchadlo + 90 ml 20% glycerinu

Postup stanovení množství H_3BO_3 v neznámém vzorku:

- Dlouze podržet tlačítko **F3** na kontrolním panelu, dokud se nedostaneme do hlavní nabídky nastavení konfigurace.
- Krátce podržet tlačítko **F3** na kontrolním panelu, dokud se nedostaneme do nabídky výběru metody stanovení (*parameters sets*) → pomocí šipek (**F4 / F5**) na panelu vybrat metodu „*pH exact weak*“. Výběr potvrdit tlačítky **F1** a **Stop**.
- Krátkým stiskem tlačítka **F3** na kontrolním panelu změnit způsob titrace na *Manual Titration Mode* (manuální titrace).
- Postupně dávkovat pomocí levého tlačítka myši odměrný roztok po 0,5 ml přídavcích a zaznamenávat změnu pH na displeji přístroje. Titraci ukončit po přídavku 20 ml odměrného roztoku. Pravé tlačítko myši slouží k naplnění titrátoru odměrným roztokem. Každou titraci provést 1x.
- Získané hodnoty vyhodnotíme početní Granovou transformací (v tabulkovém procesoru MS Excel), titraci v prostředí glycerinu také metodou grafickou a pomocí druhé derivace.

Výpočet množství H_3BO_3 v neznámém vzorku:

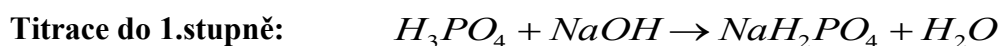
$$M(H_3BO_3) = 61,81 \text{ g/mol}$$

$$m(H_3BO_3) = c(NaOH) \cdot V_{ekv} \cdot M(H_3BO_3) \cdot \frac{V_0}{V_{pip}}$$

II. KONDUKTOMETRICKÉ TITRACE

Konduktometrické titrace jsou založeny na měření změn vodivosti v průběhu titrace.

13.4. Stanovení H_3PO_4




Příprava vzorku:

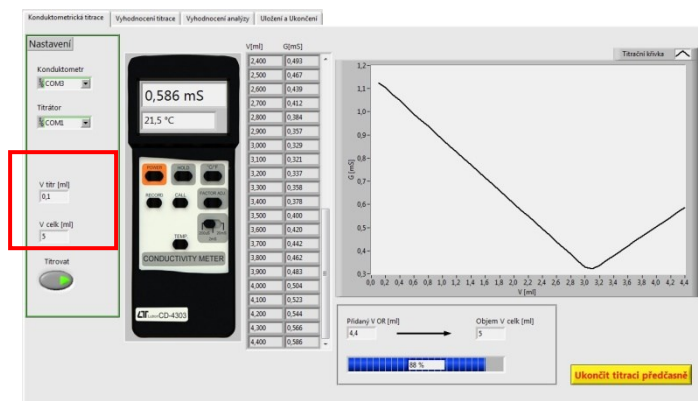
Vzorek v odm. baňce ($V_0 = 100$ ml) doplnit po rysku dest. H_2O ($M(H_3PO_4) = 97,9953$ g/mol)

↓

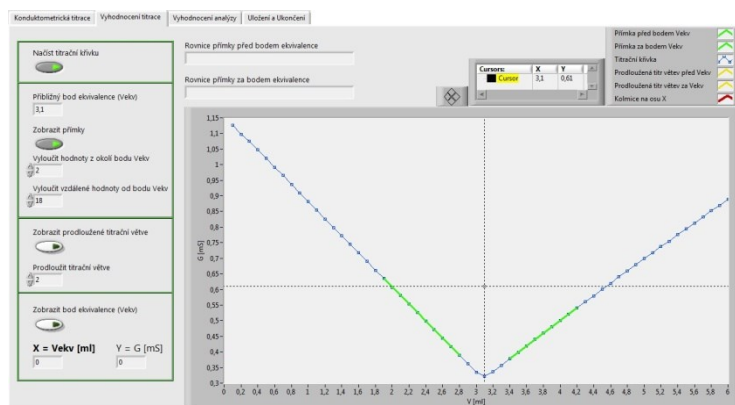
pipetovat 5 ml do kádinky na 250 ml + teflonové míchadlo + cca 200 ml dest. H_2O

Postup stanovení množství H_3PO_4 v neznámém vzorku pomocí konduktometru Lutron CD-4303 a programu LabView:

1. Připojit konduktometr Lutron CD-4303 přes připojovací modul (černá krabička) přes USB k PC.
2. Vodivostní elektrodu ponořit do roztoku vzorku, zapnout míchání.
3. Zapnout konduktometr tlačítkem POWER, nastavit rozsah měřené vodivosti.
4. Spustit program Konduktometrie → Konduktometrie_program LabView → Konduktometrie.
5. V *Nastavení* rozkliknout **Konduktometr** (zelený rámeček) → **Refresh** → **COM3**.
6. V *Nastavení* rozkliknout **Titřátor** (zelený rámeček) → **Refresh** → **COM1**.
7. Spustit program kliknutím na ikonu bílé šipky v levém horním rohu .
8. Zadat hodnotu jednotlivého přídavku odměrného roztoku V_{titr} (ml) = 0,1 ml a celkový objem odměrného roztoku V_{celk} (ml) = 13 ml



9. Spustit titraci stlačením tlačítka **Titrovat**. Titraci je možné ukončit po zobrazení předpokládaných inflexních bodů tlačítkem ve žlutém rámečku **Ukončit titraci předčasně**.
10. Během měření kontrolovat konduktometr, aby se předčasně nevypnul (ihned znovu zapnout) a také nastavené rozsahy měření.
11. Po ukončení titrace přepnout do záložky **Vyhodnocení titrace** na horní liště.



12. Pomocí tlačítka **Načíst titrační křivku** zobrazit titrační křivku (tlačítko se vysvítí zeleně) a pomocí kurzoru najít přibližný bod ekvivalence (zobrazí se v horním žlutém rámečku).
13. Tuto hodnotu zapsat do pole **Přibližný bod ekvivalence** (V_{ekv}) a sepnout tlačítko **Zobrazit přímky** → zobrazí se dvě zelené přímky, které slouží k určení lineární směrnice proložených titračních větví. Pomocí tlačítka **Vyloučit vzdálené body** upravit jednotlivé titrační větve.
14. Tlačítkem **Zobrazit prodloužené titrační větve** se zobrazí dvě černé přímky, které se protínají, současně se zobrazí rovnice regrese v displejích **Rovnice přímky před bodem ekvivalence** a **Rovnice přímky za bodem ekvivalence**.
15. Sepnout tlačítko **Zobrazit bod ekvivalence** V_{ekv} → zobrazí se červená kolmice a hledaný bod ekvivalence.
16. Pro nalezení dalších inflexních bodů opakujeme celý postup od bodu 12.
17. Pro vyhodnocení přepnout do záložky **Vyhodnocení analýzy** na horní liště.
18. V okně **Organické kyseliny** nebo **Anorganické kyseliny** vybrat titrovanou kyselinu. Vypsát pole **Molární hmotnost (g/mol)**, bod ekvivalence V_{ekv} , koncentraci odměrného činidla $c(OR)$ (mol/dm^3), **V baňky (ml)** ($V_0 = 100$ ml), **V pip (ml)** ($V_{pip} = 5$ ml) a změnit **Jednotku hmotnosti** na mg → stlačit **Vyhodnotit analýzu**.

19. V záložce **Uložení a ukončení** na horní liště → **Editovat data k uložení** → data se načtou do okna k uložení. Uložit data pomocí tlačítka **Uložit na disk** → postupně stlačit „žlutou ikonu Soubor“ a poté „žlutý rámeček Uložit data na disk“.



20. Titrační křivku ve formě grafu uložit pomocí ***Uložit graf vyhodnocení titrace*** → opět postupně stlačit „žlutou ikonu Soubor“ a poté „žlutý rámeček *Uložit graf vyhodnocení titrace*“.
21. Po uložení dat i grafů ukončit program tlačítkem ***Ukončit program*** v červeném rámečku. Pokud ukončíme program předčasně, přijdeme o možnost vyhodnocení měření.

Výpočet množství H_3PO_4 v neznámém vzorku:

Titrace do 1.stupně:
$$m(H_3PO_4) = c(NaOH) \cdot V_{ekv1} \cdot M(H_3PO_4) \cdot \frac{V_0}{V_{pip}}$$

Titrace do 2.stupně:
$$m(H_3PO_4) = c(NaOH) \cdot (V_{ekv2} - V_{ekv1}) \cdot M(H_3PO_4) \cdot \frac{V_0}{V_{pip}}$$

13.5.Stanovení CH_3COOH

Příprava vzorku:

Vzorek v odm.baňce ($V_0 = 100$ ml) doplnit po rysku dest. H_2O

↓

pipetovat 5 ml do kádinky na 250 ml + teflonové míchadlo + cca 200 ml dest. H_2O

Výpočet množství CH_3COOH v neznámém vzorku: $M(CH_3COOH) = 60,053$ g/mol

$$m(CH_3COOH) = c(NaOH) \cdot V_{ekv} \cdot M(CH_3COOH) \cdot \frac{V_0}{V_{pip}}$$

Postup stanovení množství CH_3COOH v neznámém vzorku pomocí konduktometru Lutron CD-4303 a programu LabView:

viz. Stanovení H_3PO_4

13.6. Vyhodnocení redoxní potenciometrické titrace

Při vyhodnocení stanovení jednotlivých kyselin v protokolu do závěru uvést:

- **hodnoty nalezených koncentrací odměrného roztoku 0,1 M NaOH. Provést statistické vyhodnocení, všechny statistické parametry uvést do protokolu.**

- obsah HCl stanovený metodou tří rovnoběžek v neznámém vzorku v mg zaokrouhlený na platný počet míst, současně určit bod ekvivalence pomocí druhé (příp. první) derivace titrační křivky. V protokolu také uvést tabulky výsledků měření a vyhodnocené grafy.
- obsah H_3BO_3 stanovený metodou Granovy funkce (bez přídavku i s přídavkem glycerinu) v neznámém vzorku v mg zaokrouhlený na platný počet míst + tabulky výsledků jednotlivých měření a vyhodnocené grafy.
- odhad změny pK hodnoty kyseliny borité (z titrační křivky) bez a s následkem přidání glycerinu.
- obsah H_3PO_4 stanovený konduktometricky v neznámém vzorku v mg zaokrouhlený na platný počet míst (i tabulky a vyhodnocené grafy z programu LabView).
- obsah kyseliny octové stanovený konduktometricky v neznámém vzorku v mg zaokrouhlený na platný počet míst (i tabulky a vyhodnocené grafy z programu LabView).
- diskuze k úloze, zhodnocení možného chybného stanovení a příp. problémů během měření.